

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-012699

(43)Date of publication of application : 15.01.2002

(51)Int.Cl. C08J 11/28
C08G 18/32
C08G 59/62
// C08L 75:04

(21)Application number : 2000-196192

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 29.06.2000

(72)Inventor : SATANI SHIHOKO
KAO MIN TAI
FURUYA TOMIAKI

(54) METHOD FOR DECOMPOSING URETHANE RESIN AND METHOD FOR PRODUCING RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To decompose an urethane resin into a decomposition product capable of regenerating to other resin composition by a simple operation and produce a resin composition by using the resultant decomposition product.

SOLUTION: This urethane resin is decomposed by kneading and reacting a mixture composed of 16-100 pts.wt. urethane resin which is a material to be decomposed with 1 pt.wt. amine compound which is a decomposition treating agent at 130° C to 300° C. Since the urethane resin is decomposed by a small amount of decomposition treating agent, the decomposition product can keep adequate molecular weight and facilitates curing when mixed with epoxy resin. Further, the above method carrying out decomposition treatment while kneading enables homogeneous decomposition of urethane resin by a small amount of decomposition treating agent and can prevent deterioration of decomposition product because of short decomposition time.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 25.09.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 23.08.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2005-18424

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection] 22.09.2005

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The decomposition approach of the urethane resin characterized by using urethane resin as the mixture which consists of urethane resin of the 16 - 100 weight section, and an amine compound of 1 weight section in an amine compound and the decomposition approach of the urethane resin to which it is made to react, heating to a 130 degrees C - 300 degrees C temperature requirement, and making it carry out a decomposition reaction.

[Claim 2] Said decomposition reaction is the decomposition approach of the urethane resin according to claim 1 characterized by carrying out kneading said urethane resin with said amine compound.

[Claim 3] The decomposition approach of the urethane resin according to claim 1 characterized by performing said reaction after mixing said urethane resin and said amine compound.

[Claim 4] The manufacture approach of the resin constituent characterized by making the decomposition process to which a 130 degrees C - 300 degrees C temperature requirement is made to heat and carry out the decomposition reaction of the urethane resin of the 16 - 100 weight section, and the amine compound of 1 weight section, and the decomposition product and epoxy resin which were obtained at said decomposition process react, and compounding a resin constituent.

[Claim 5] The manufacture approach of the resin constituent characterized by making a decomposition product, the compound which has an isocyanate reactivity hydroxyl group, and isocyanate react at the decomposition process to which a 130 degrees C - 300 degrees C temperature requirement is made to heat and carry out the decomposition reaction of the urethane resin of the 16 - 100 weight section, and the amine compound of 1 weight section, and said decomposition process, and compounding a resin constituent.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the decomposition approach of urethane resin, and the manufacture approach of a resin constituent, and relates to the decomposition approach of the urethane resin which can reuse a decomposition product for urethane resin as it is, and the manufacture approach of the resin constituent which used this decomposition product.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, the requests to reuse of disposable household electric appliances etc. are mounting, and, as for these disposable household electric appliances, the reuse approach is studied for every component. For example, in waste refrigerator processing, urethane foaming resin is used as a heat insulator, and that reuse is considered also about this urethane resin.

[0003] Approaches various for many years are reported about the recycle approach of urethane foaming resin, for example, flexible polyurethane foam is decomposed into JP,42-10634,B by monoethanolamine, and the approach of distilling aromatic amine and monoethanolamine and carrying out separation recovery from a decomposition product, is indicated after that.

[0004] This invention had to use decomposition processing agents, such as monoethanolamine, so much for the purpose of carrying out separation recovery of the polyol which is the manufacture raw material of urethane resin, and it made down stream processing for reusing complicated in order to have to distill and refine the decomposition product acquired as a result.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] As mentioned above, when reusing a decomposition product in the decomposition approach of conventional urethane resin, there was a problem that down stream processing became complicated.

[0006] In view of such a problem, it succeeds in this invention, and aims at offering the approach of disassembling urethane resin into the possible decomposition product of reproducing to other resin constituents by the easy activity, and the manufacture approach of a resin constituent of manufacturing a resin constituent using this decomposition product further.

[0007]

[Means for Solving the Problem] The decomposition approach of the urethane resin of this invention is characterized by using urethane resin as the mixture which consists of urethane resin of the 16 - 100 weight section, and an amine compound of 1 weight section in an amine compound and the decomposition approach of the urethane resin to which it is made to react, heating to a 130 degrees C - 300 degrees C temperature requirement, and making it carry out a decomposition reaction.

[0008] As for said especially decomposition reaction, it is desirable to carry out kneading said urethane resin with said amine compound.

[0009] Moreover, after mixing said urethane resin and said amine compound, it is desirable to perform said kneading and reaction.

[0010] Moreover, as for said decomposition reaction, it is desirable to carry out for 1 to 20 minutes.

[0011] The manufacture approach of the resin constituent of this invention is characterized by making the decomposition process to which a 130 degrees C - 300 degrees C temperature requirement is made to heat and carry out the decomposition reaction of the urethane resin of the 16 - 100 weight section, and the amine compound of 1

weight section, and the decomposition product and epoxy resin which were obtained at said decomposition process react, and compounding a resin constituent.

[0012] Moreover, said resolvability living thing, the compound which has an isocyanate reactivity hydroxyl group, and isocyanate can be made to be able to react, a resin constituent can be compounded, and a resin constituent can also be created.

[0013] When this invention persons disassembled urethane resin with the amine compound which is a decomposition processing agent, they are carrying out kneading urethane resin and an amine compound, and checked that urethane resin could be disassembled even into extent which will be in a liquid condition by use of the amine compound of a minute amount as a decomposition processing agent.

[0014] Moreover, when what was not hardened even if it heated the decomposition product and epoxy resin which were obtained by adding urethane resin in a lot of decomposition processing agents like before, and heating and stirring heated the decomposition product and epoxy resin which were obtained by the decomposition approach of this invention, it checked that the Plastic solid with which a decomposition product functions as a curing agent, and consists of a rubber-like resin constituent was acquired.

[0015] That is, without needing purification of a decomposition product, it checked that reuse of a decomposition product was possible, and resulted in this invention.

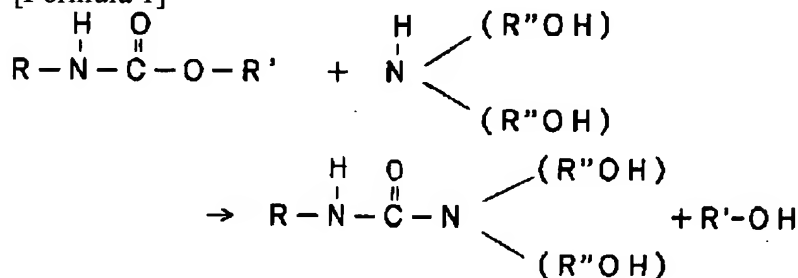
[0016]

[Embodiment of the Invention] This invention is explained more below at a detail.

[0017] This mixture is fed into kneading machines, such as a biaxial extrusion machine, after infiltrating the amine compound 1 weight sections, such as alkanolamine, into urethane foam 16 - the 100 weight sections at homogeneity. The interior of a biaxial extrusion machine and two rollers are heated by 130 degrees C - about 300 degrees C, and the mixture thrown in in the kneading machine is kneaded within a biaxial extrusion machine, and it is disassembled even into extent which becomes liquefied, contacting the amine compound and homogeneity of a minute amount.

[0018] For example, urethane resin $\text{RNHCOOR}'$ (in R, an isocyanate radical and R' point out a polyol radical), and when the amine compound $\text{NH}(\text{R}''\text{OH})_2$ (R'' points out an alkyl group) is made to react, a reaction as shown in following (1) arises.

[Formula 1]



Furthermore, if this liquefied decomposition product is made to mix a specified quantity epoxy resin, a decomposition product will work as a curing agent and an urethane modified epoxy resin will be compounded.

[0019] What kind of urethane resin with a urethane bond, an urea bond, etc. is sufficient as the urethane resin concerning this invention which is a decomposition product-ed, for example, it has classes, such as elasticity urethane, hard urethane, half-rigid urethane, and urethane elastomer. Moreover, it is desirable to grind in the configuration which is easy to supply to a processor.

[0020] The amine compound concerning this invention is used as a decomposition processing agent of the urethane resin which is a decomposition product-ed, and is usually used by the amine compound independent as a decomposition processing agent. As an amine compound to be used, straight chain-like fatty amine, annular fatty amine, aromatic amine, heterocyclic amine, etc. can be mentioned. As straight chain-like fatty amine, more specifically Ethylenediamine, a tetramethylenediamine, A hexamethylenediamine, propanediamine, 2-ethylhexylamine, Monoethanolamine, diethanolamine, triethanolamine, Isopropanolamine, 2-(2-aminoethyl amino) ethanol, 2-amino-2-hydroxymethyl -1, 3-propanediol, ethylamino ethanol, an amino butanol, n propylamine, G n propylamine, n amylamine, an isobutyl amine, or methyl diethylamine is mentioned. As annular fatty amine, they are cyclohexylamine, a piperazine, a piperidine, etc. As aromatic amine, an aniline, a toluidine, benzylamine, a phenylenediamine, xylylene diamine, or a chloroaniline can be mentioned. As heterocyclic amine, a pyridine,

picoline, N-methyl morpholine, ethyl morpholine, a pyrazole, etc. are mentioned. These amines can mix and use independent or two sorts or more.

[0021] In this invention, having considered the amine compound which is a decomposition processing agent as 1 weight section use to the urethane resin 16 which is a decomposition product-ed - the 100 weight sections If there are few ratios of the decomposition processing agent of an amine processing agent than this, urethane resin will not fully be disassembled. Even if a solid-state component remains, the viscosity of a decomposition product becomes high, consequently it mixes a decomposition product, an epoxy resin, or isocyanate and it compounds a resin constituent, there is a possibility that the homogeneity of a resin constituent may worsen. Moreover, when there are more ratios of a decomposition processing agent than the above-mentioned range, even if it mixes with a decomposition product and an epoxy resin, there is a possibility that it may not harden.

[0022] When there are many ratios of a decomposition processing agent, the reason which the acquired decomposition product and an epoxy resin do not harden is considered not to fully rise and not to harden the molecular weight as a result, even if an amine compound fully disassembles urethane resin too much, molecular weight falls too much and an epoxy resin and a resultant are compounded.

[0023] Moreover, when there were more ratios of a decomposition processing agent than the above-mentioned range, this decomposition product and isocyanate are made to react and urethane resin is reproduced, an unreacted amine compound remains in a decomposition product, the amine compound in synthetic powder becomes superfluous, and an effectiveness reaction rate speeds up too much. Consequently, there is a possibility that it may become impossible to make a raw material component into homogeneity.

[0024] It is thought that it does not fully rise and the molecular weight is not hardened as a result even if an amine compound fully disassembles urethane resin too much, molecular weight falls too much as other reasons and an epoxy resin and a resultant are compounded.

[0025] Next, in this invention, it is desirable to perform the reaction of urethane resin and an amine compound with kneading, and it explains the reason below.

[0026] There are few ratios of the amine compound which serves as a decomposition processing agent to the urethane resin which is solid-state-like a decomposition product-ed, and when using urethane foam especially as urethane resin, the volume ratio of the decomposition processing agent to a decomposition product-ed becomes a very small thing. Therefore, it is desirable to carry out a pyrogenetic reaction, kneading the mixture of urethane resin and an amine compound for an amine compound, homogeneity and in order to make urethane resin contact promptly and to make it react. It is thought that the property which is easy to harden when dispersion in the presentation by the denaturation object of a decomposition product etc. is controlled, consequently it uses with an epoxy resin at reacting promptly in this way especially is acquired.

[0027] What is necessary is to press the mixture which consists of urethane resin and an amine compound as a kneading machine, to scour, mixing both, namely, to be able to knead, and just to be able to heat mixture, kneading further.

[0028] For example, it is not restricted to the biaxial extrusion machine mentioned above, but especially if 1 shaft extrusion machine, a continuous system kneader, Mono pump, etc. can knead with heating, it can be used, without being restricted. Since especially these kneading machines can process a decomposition reaction continuously, they fit disassembly of a lot of urethane resin.

[0029] As an example of a concrete kneading machine, while the schematic diagram of an extrusion machine is shown, the decomposition approach of the urethane resin of this invention is explained concretely here.

[0030] Urethane resin is thrown in from input port 1, is thrown into raw material input port 3 in the condition of having been ground, and is conveyed by the reaction container 2. The reaction container 2 is a cylindrical shape-like, the screw 11 (here one shaft) is arranged in the reaction container 2, and it is conveyed in the regurgitation nozzle 10 direction, kneading urethane resin by rotating a screw.

[0031] Moreover, raw material input port 3 is adjoined and the decomposition agent inlet 6 is established in the reaction container 2. The amine compound contained by the decomposition agent tank 4 is poured in from the decomposition agent inlet 6 by the liquid perfusion pump 5, and it is kneaded, being mixed with the urethane resin thrown in from the raw material inlet 3.

[0032] Moreover, the vent-port 7 is formed near the back end section (spouting nozzle) of the reaction container 2, and the foaming agent contained in the urethane resin (decomposition product) conveyed on the screw 11 is attracted by the vacuum pump 9 connected to the vent-port 7, and is condensed by the capacitor 8.

[0033] And the urethane resin (decomposition product) with which foaming agents were collected is extruded from the regurgitation nozzle 10.

[0034] Although urethane resin and an amine compound were made separate and fed into the kneading machine in explanation of drawing 1, it is more desirable respectively to distribute and infiltrate urethane resin and to throw an amine compound into it from raw material input port beforehand, rather than supplying to a kneading machine according to an individual. Since the volume ratio of an amine compound to urethane resin is very small as mentioned above, it becomes possible for the bulk density of urethane resin to become small by performing such pretreatment, and to perform a decomposition reaction more promptly. Furthermore, although urethane resin has a difficult field in respect of handling, such as an injection of a kneading machine, since it is an ingredient which static electricity tends [comparatively] to generate, a decomposition agent is distributed and infiltrated beforehand, static electricity is made hard to produce by making urethane resin swell, and handling becomes easy.

[0035] As for the swelling approach, it is desirable to feed urethane resin and an amine compound into a container with for example, a stirring function by the predetermined ratio, and to carry out stirring mixing of both in a room temperature -130 degree C temperature requirement. If processing temperature is too high, a decomposition reaction will arise and a homogeneous decomposition product will no longer be acquired.

[0036] What is necessary is just to usually perform it at 170 degrees C - 250 degrees C more preferably 130 degrees C - 300 degrees C, although heating with a kneading machine changes somewhat with classes of amine compound which is urethane resin and the decomposition processing agent to decompose. Furthermore, what is necessary is just to perform heating time in 3 minutes - about 10 minutes more preferably 1 minute to about 20 minutes.

Whenever [stoving temperature] is higher than 300 degrees C, or there is a possibility of decomposing to C-C association which forms urethane resin further, and being overreacting if heating time is longer than 20 minutes, and when whenever [stoving temperature] is lower than 130 degrees C or heating time becomes shorter than 20 minutes, there is a possibility that it may become impossible to fully disassemble urethane resin.

[0037] Moreover, in case foaming urethane resin is disassembled as urethane resin, the decomposition approach of the urethane resin of this invention is suitable.

[0038] Foaming agents, such as chlorofluorocarbon, are mixing into urethane foam, and it is necessary to separate and collect chlorofluorocarbon etc. from an environmental side etc. Usually, although the foaming agents which the foaming agent in foaming resin crushes foaming resin, and are contained in air bubbles are separated and collected, since foaming agents tend to be scattered about by this approach, recovery is difficult, and although the foaming agents in a cel are collected even if it crushes finely, it is difficult [it] to carry out separation recovery of the foaming agent currently distributed in the urethane resin which forms the cel film. Like this invention, if urethane resin is disassembled, since it dissociates as a gas out of a decomposition product (liquid) during a decomposition reaction, a foaming agent can raise separability and recovery nature.

[0039] Moreover, when there are many amounts of the amine compound which is a decomposition agent, there is a possibility that may dissolve in the amine compound of foaming agents, such as chlorofluorocarbon, and the separation recovery nature of a foaming agent may fall, but since there are few ratios of the amine compound used in this invention, it becomes possible to perform separation and recovery of a foaming agent efficiently.

[0040] Thus, since it is decomposed into a homogeneous liquid condition, the decomposition product acquired by disassembling urethane resin can be recycled in a recycled article as it is, without passing through processes, such as distillation and an extract.

[0041] It can harden, if this decomposition product is made to mix an epoxy resin especially, an epoxy resin can be obtained, it can be rich in elasticity and the resin constituent of high endurance can be obtained. At this time, the ratio of a decomposition product and an epoxy resin should just make an epoxy resin the 10 - 100 weight section for example, to the decomposition product 100 weight section. Moreover, it is also possible to reproduce this decomposition product as urethane resin as it is, or to carry out copolymerization to other monomers etc., and to create various resin constituents, such as polyester, a polyamide, and nylon. On the occasion of playback, the diluent of a decomposition product can be added if needed and a viscosity controlling agent can also be performed. The alcohols and polyols which have an isocyanate reactivity hydrogen atom as a diluent or ester, and water may be used. Alcohol univalent [as said alcohols /, such as a methanol, ethanol, and propanol,], Ethylene glycol, a diethylene glycol, propylene glycol, A TORIME methylene glycol, 1,4-butanediol, 1,5-pentanediol, 1,6-hexanediol, polyoxy ethylene glycol and a polyoxypropylene glycol, Divalent alcohol, such as polypropylene (ethylene) polyol and a polytetramethylene ether glycol, What added ethyleneoxide, propylene oxide, a tetrahydrofuran, etc. is

mentioned to these, such as trivalent alcohol, such as a glycerol. Moreover, as ester, adipic-acid system polyester, phthalic-acid system polyester, poly caprolactone polyester, acrylic ester, etc. can be mentioned. Furthermore, that in which alcohols, such as ethylene glycol, 1, and 4-Buta Diol, carried out the polymerization to these ester may be used. These diluents have especially desirable use of the same compound as the polyol component used for the creation time of the urethane resin which is a decomposition product-ed, or its low molecular weight compound.

[0042]

[Example] Hereafter, an example explains this invention to a detail.

[0043] In this example, where urethane resin A or urethane resin B shown below is ground, it was used as a decomposition product-ed.

[0044] Polymethylene-polyphenyl-polyisocyanate (MDI) 68g was added to urethane resin A polyethylene-glycol (Nippon Oil & Fats [Co., Ltd.] make: polyethylene glycol 400) 100g, after carrying out high-speed stirring, poured into the mold, it was made to harden at a room temperature, and urethane resin A was prepared.

[0045] The urethane resin used for the urethane resin B used refrigerator as a heat insulator was prepared as urethane resin B.

[0046] It set to <decomposition of urethane foam> example 1 this example, and in the biaxial extrusion machine (Toshiba Machine [Co., Ltd.] make: TEM-37BS), urethane resin and an amine compound were kneaded and heated and urethane resin was disassembled.

[0047] First, the cylinder temperature of an extrusion machine was set as 190 degrees C.

[0048] Urethane resin A was supplied by 5.65 kg/h from the raw material input port of an extrusion machine, and diethanolamine 0.35 kg/h as an amine compound was supplied to the drug solution input port of an extrusion machine with the pump at coincidence.

[0049] When mixing time was changed and the condition of a decomposition product was investigated, when mixing time is made into 4 minutes and 45 seconds or more, the decomposition product serves as a ***** liquid of yellow transparence with which solid content does not remain, and it has checked decomposing completely.

[0050] In addition, when picking out a decomposition product from a kneading machine, the vacuum pump removed the foaming agent.

[0051] When urethane resin was disassembled like the example 1 except for having made the amount of supply of 5.6 kg/h and an amine compound into 0.28 kg/h for urethane resin A supplied to an example 2 kneading machine, and mixing time was made into 5 minutes and 55 seconds or more, it has checked disassembling a decomposition product into the ***** liquid of yellow transparence completely.

[0052] As example 3 pretreatment, it supplies to the mixer with which the stirring function attached urethane resin A6kg and diethanolamine 0.1kg as an amine compound, and where the inside of a container is held at 100 degrees C, it stirred for 1 hour, and the decomposition agent was distributed and infiltrated at urethane resin.

[0053] Decomposition processing was performed for the urethane resin which performed this pretreatment using the biaxial extrusion machine.

[0054] In this example, the cylinder temperature of an extrusion machine was set as 210 degrees C, and urethane resin 6 kg/h which pretreated was supplied to the extrusion machine.

[0055] When mixing time was set up in 6 minutes using the same kneading machine as an example 1, the decomposition product in which a formed element remains somewhat with the ***** liquid of yellow transparence was acquired.

[0056] It returned by 7.5 kg/h with the pump which has connected this decomposition product to a raw material injection side vent with the pump, and the 2.5 kg/h injection of the urethane resin A which has not been swollen was newly carried out, and when kneading was performed for 6 minutes, the ***** liquid was obtained as a decomposition product by yellow transparence without a solid-state component. In addition, the final weight ratio of the amine compound of this example and urethane resin is about 1:80.

[0057] As example 4 pretreatment, it supplied to the mixer with which the stirring function attached urethane resin A2kg and diethanolamine 0.1kg as an amine compound, where the inside of a container is held at 100 degrees C, it stirred for 1 hour, and the decomposition agent was infiltrated into urethane resin.

[0058] Decomposition processing was performed for the urethane resin which performed this pretreatment using the biaxial extrusion machine.

[0059] In this example, the cylinder temperature of an extrusion machine was set as 190 degrees C, and urethane resin 18 kg/h which pretreated was supplied to the extrusion machine.

[0060] When mixing time was set as 3 minutes and 30 seconds or more, it checked that the decomposition product was disassembled completely.

[0061] Urethane resin B as a decomposition product-ed [example 5] was supplied to the kneading machine by 6 kg/h, the input of an amine compound was carried out in 0.075kg/h, and urethane resin was disassembled like the example 1 except for having set the cylinder temperature as 210 degrees C.

[0062] Consequently, when mixing time was set as 4 minutes and 45 seconds or more, it checked that urethane resin could be disassembled in the shape of [perfect] a liquid.

[0063] Diethanolamine 0.1kg as an amine compound was dropped gradually, having supplied urethane resin B-2kg as an agent decomposed [example 6] to the Henschel mixer, and carrying out high-speed stirring. When it stirs for 10 minutes and the decomposition agent was distributed and infiltrated at the room temperature at urethane resin, the apparent volume decreased to 70 or less percent.

[0064] Urethane resin was disassembled for the urethane resin which performed this pretreatment like the example 4.

[0065] Consequently, when mixing time was set as 5 minutes and 30 seconds or more, it checked that urethane resin could be disassembled into a perfect liquid condition.

[0066] Except for having carried out the input in an example 7 amine compound in 0.3kg/h, urethane resin was disassembled like the example 5.

[0067] Consequently, when mixing time was set as 6 minutes and 30 seconds or more, it checked that urethane resin could be disassembled in the shape of [perfect] a liquid.

[0068] Urethane resin was disassembled in example 8 this example, without kneading.

[0069] Temperature control of the well-closed container which the heating function and the stirring function attached was carried out to 190 degrees C, 6kg urethane resin B was supplied, 0.6kg of diethanolamines was supplied further, and overheating stirring was carried out. After predetermined time amount passed, the foaming agent was removed and condensed with the vacuum pump linked to a well-closed container, and it collected from the capacitor. It is liquefied and the thing which do not have a solid after after [of since a raw material is thrown in] 60 minutes and which is decomposed completely has been checked.

[0070] When urethane resin was disassembled completely like the example 1 except for having made the amount of an example of comparison 1 amine compound into 6 kg/h, and mixing time was set up in 5 minutes or more, it checked that it could decompose into a perfect liquid without a solid-state component.

[0071] The acquired decomposition product was the liquid divided into two phases which consist of the yellow transparence upper liquid and purplish red transparence lower layer liquid.

[0072] Temperature control of the well-closed container which the example heating function of reference and the stirring function attached was carried out to 190 degrees C, 3kg urethane resin B was supplied, 0.6kg of diethanolamines was supplied further, and heating stirring was carried out.

[0073] The foaming agent was removed and the decomposition product was acquired, after carrying out heating stirring for 60 minutes. The decomposition product was not completely decomposed by the orange solid-state carried out in a low voice.

[0074] Here, the conditions for liquefying completely the urethane resin of an example 1 thru/or 7, and the example 1 of a comparison and conditions when the example of reference is nonliquefiable were summarized in Table 1.

[Table 1]

	ウレタン 樹脂	重量比 7シ化合物：ウレタン樹脂	分解温度	反応時間	処理量	処理装置	前処理
実施例 1	A	1 : 1 6	1 9 0℃	4 分 4 5 秒	6 kg/h	押出器	無
実施例 2	A	1 : 2 0	1 9 0℃	5 分 5 5 秒	6 kg/h	押出器	無
実施例 3	A	1 : 8 0	2 1 0℃	1 2 分	10kg/h	押出器	有
実施例 4	A	1 : 2 0	1 9 0℃	3 分 3 0 秒	10kg/h	押出器	有
実施例 5	B	1 : 2 0	1 9 0℃	6 分	6 kg/h	押出器	有
実施例 6	B	1 : 2 0	1 9 0℃	5 分 3 0 秒	10kg/h	押出器	有
実施例 7	B	1 : 2 0	2 0 0℃	6 分 3 0 秒	6 kg/h	連続二タ	無
実施例 8	B	1 : 1 0	1 9 0℃	6 0 分	6 kg/h	ハッパ式	無
比較例 1	A	6 : 5	1 9 0℃	5 分	6 kg/h	押出器	無
参考例	B	1 : 5	1 9 0℃	6 0 分	3 kg/h	バッチ式	無

the <playback of decomposition product> example 9 -- 100g of decomposition products and polyol 50g obtained in the example 2 were stirred and mixed first. Furthermore MDI80g was added and stirred and mixed liquor was created.

[0075] When the obtained mixed liquor was put into the mold and it was left at the room temperature on the 1st, foaming hardening was carried out and the resin constituent was obtained. 180 kg/m³ and urethane foam about 5 times the expansion ratio of this generated the consistency of this resin constituent.

[0076] Temperature control of the 40g of the decomposition products generated in the example 10 example 2 is carried out to 60 degrees C, 10g (Asahi Chemical [Co., Ltd.] make: Epicoat 4100E) of epoxy resins is put in, and they are stirred. After putting in and carrying out vacuum degassing to the mold, when it puts into 120-degree C oven and one evening was stiffened, rubber-like resin molding generated.

[0077] Temperature control of the 40g of the decomposition products generated in the example 11 example 8 is carried out to 60 degrees C, 10g (Asahi Chemical [Co., Ltd.] make: Epicoat 4100E) of epoxy resins is put in, and they are stirred. After putting in and carrying out vacuum degassing to the mold, when it puts into 120-degree C oven and one evening was stiffened, rubber-like resin molding generated.

[0078] Temperature control of the 40g of the decomposition products generated in the example 1 of example of comparison 2 comparison is carried out to 60 degrees C, 20g (Asahi Chemical [Co., Ltd.] make: 4100E) of epoxy resins is put in, and they are stirred. After putting in and carrying out vacuum degassing to the mold, it put into 120-degree C oven, and 1 ***** was not hardened, either, but it was still a liquid. It did not harden, even if it raised temperature to 150 degrees C.

[0079]

[Effect of the Invention] According to this invention, it becomes possible to decompose into the possible decomposition product of reproducing urethane resin to other resin constituents by the easy activity, or to manufacture a resin constituent using this decomposition product.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The schematic diagram of the extrusion machine concerning this invention.

[Description of Notations]

- 1 -- Input port
- 2 -- Reaction container
- 3 -- Raw material input port
- 4 -- Tank for decomposition agents
- 5 -- Liquid perfusion pump
- 6 -- Decomposition agent inlet
- 7 -- Vent-port
- 8 -- Capacitor
- 9 -- Vacuum pump
- 10 -- Regurgitation nozzle
- 11 -- Screw

[Translation done.]

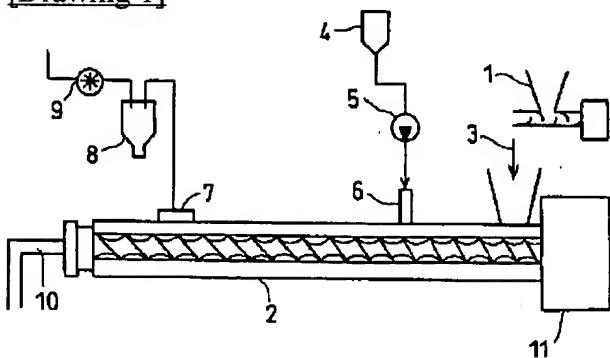
* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-12699

(P2002-12699A)

(43) 公開日 平成14年1月15日 (2002.1.15)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
C 0 8 J 11/28	Z A B	C 0 8 J 11/28	Z A B 4 F 3 0 1
C 0 8 G 18/32		C 0 8 G 18/32	4 J 0 3 4
59/62		59/62	4 J 0 3 6
// C 0 8 L 75:04		C 0 8 L 75:04	

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2000-196192(P2000-196192)

(22) 出願日 平成12年6月29日 (2000.6.29)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

東京都港区芝浦一丁目1番1号

(72) 発明者 佐谷 志保子

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株

式会社東芝横浜事業所内

(72) 発明者 カオ・ミン・タイ

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株

式会社東芝横浜事業所内

(74) 代理人 100081732

弁理士 大胡 典夫 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ウレタン樹脂の分解方法および樹脂組成物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ウレタン樹脂を簡単な作業で他の樹脂組成物に再生することの可能な分解生成物に分解すること、あるいはこの分解生成物を用いて樹脂組成物を製造することを可能にする。

【解決手段】 被分解物であるウレタン樹脂16~100重量部と、分解処理剤であるアミン化合物1重量部とからなる混合物を130℃~300℃の温度範囲で混練して反応させることでウレタン樹脂を分解する。少量の分解処理剤で分解するために、分解生成物は適度な分子量を維持するため、エポキシ樹脂などと混合した際に硬化しやすくなる。また、分解処理を混練しながら行うことで少量の分解処理剤でウレタン樹脂を均質に分解することが可能になり、かつ分解時間が短くできるために分解物の変性を防ぐことが可能になる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】ウレタン樹脂をアミン化合物と反応させるウレタン樹脂の分解方法において、16～100重量部のウレタン樹脂と1重量部のアミン化合物とからなる混合物とし、130℃～300℃の温度範囲に加熱し分解反応させることを特徴とするウレタン樹脂の分解方法。

【請求項2】前記分解反応は、前記ウレタン樹脂を前記アミン化合物と共に混練しながら行うことを特徴とする請求項1記載のウレタン樹脂の分解方法。

【請求項3】前記ウレタン樹脂と前記アミン化合物とを混合させた後に、前記反応を行うことを特徴とする請求項1記載のウレタン樹脂の分解方法。

【請求項4】16～100重量部のウレタン樹脂と1重量部のアミン化合物とを130℃～300℃の温度範囲に加熱し分解反応させる分解工程と、前記分解工程で得られた分解生成物とエポキシ樹脂とを反応させて樹脂組成物を合成することを特徴とする樹脂組成物の製造方法。

【請求項5】16～100重量部のウレタン樹脂と1重量部のアミン化合物とを130℃～300℃の温度範囲に加熱し分解反応させる分解工程と、前記分解工程で分解生成物とイソシアネート反応性水酸基を有する化合物とイソシアネートとを反応させて樹脂組成物を合成することを特徴とする樹脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ウレタン樹脂の分解方法および樹脂組成物の製造方法に係り、ウレタン樹脂を分解生成物をそのまま再利用することが可能なウレタン樹脂の分解方法および、この分解生成物を使用した樹脂組成物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、廃家電などの再利用に対する要望が高まっており、これらの廃家電はそれぞれの部品毎にその再利用方法が研究されている。例えば廃冷蔵庫処理においては、断熱材としてウレタン発泡樹脂が使用されており、このウレタン樹脂についてもその再利用が検討されている。

【0003】ウレタン発泡樹脂のリサイクル方法については古くから様々な方法が報告されており、例えば特公昭42-10634号公報には、モノエタノールアミンで軟質ポリウレタンフォームを分解し、その後、分解生成物から芳香族アミンとモノエタノールアミンを蒸留して分離回収する方法が記載されている。

【0004】この発明は、ウレタン樹脂の製造原料であるポリオールを分離回収することを目的としたものであり、モノエタノールアミンなどの分解処理剤を多量に使用しなければならず、その結果得られる分解生成物を蒸留、精製しなければならないため、再利用するための処

2

理工程を複雑なものにしていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】上述したように、従来のウレタン樹脂の分解方法においては、分解生成物を再利用する際には、処理工程が複雑になるという問題があった。

【0006】本発明はこのような問題に鑑みて為されたものであり、ウレタン樹脂を簡単な作業で他の樹脂組成物に再生することの可能な分解生成物に分解する方法、さらにはこの分解生成物を用いて樹脂組成物を製造する樹脂組成物の製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明のウレタン樹脂の分解方法は、ウレタン樹脂をアミン化合物と反応させるウレタン樹脂の分解方法において、16～100重量部のウレタン樹脂と1重量部のアミン化合物とからなる混合物とし、130℃～300℃の温度範囲に加熱し分解反応させることを特徴とする。

【0008】特に、前記分解反応は、前記ウレタン樹脂を前記アミン化合物と共に混練しながら行うことが好ましい。

【0009】また、前記ウレタン樹脂と前記アミン化合物とを混合させた後に、前記混練・反応を行うことが好ましい。

【0010】また、前記分解反応は1～20分行うことが望ましい。

【0011】本発明の樹脂組成物の製造方法は、16～100重量部のウレタン樹脂と1重量部のアミン化合物とを130℃～300℃の温度範囲に加熱し分解反応させる分解工程と、前記分解工程で得られた分解生成物とエポキシ樹脂とを反応させて樹脂組成物を合成することを特徴とする。

【0012】また、前記分解性生物とイソシアネート反応性水酸基を有する化合物とイソシアネートとを反応させて樹脂組成物を合成し、樹脂組成物を作成することもできる。

【0013】本発明者らは、ウレタン樹脂を分解処理剤であるアミン化合物で分解する際に、ウレタン樹脂とアミン化合物とを混練しながら行うことで、分解処理剤として微量のアミン化合物の使用でウレタン樹脂を液体状態になる程度にまで分解できることを確認した。

【0014】また、従来のようにウレタン樹脂を多量の分解処理剤中に添加し、加熱・攪拌して得られた分解生成物とエポキシ樹脂とを加熱しても硬化しなかったものが、本発明の分解方法によって得られた分解生成物とエポキシ樹脂とを加熱したところ、分解生成物が硬化剤として機能し、ゴム状の樹脂組成物からなる成形体が得られることを確認した。

【0015】すなわち、分解生成物の精製を必要とせず、分解生成物の再利用が可能なことを確認し本発明に

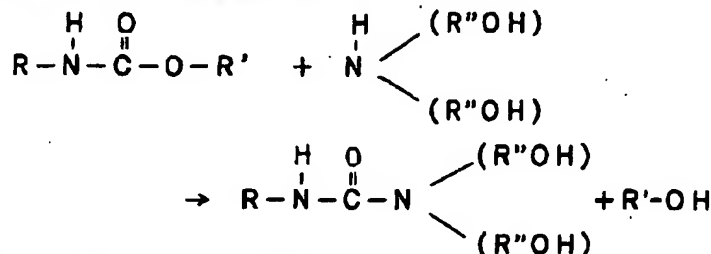
3

至った。

【0016】

【発明の実施の形態】以下に本発明をより詳細に説明する。

【0017】ウレタンフォーム16～100重量部にアルコールアミンなどのアミン化合物1重量部を均一に含浸させた後、この混合物を2軸押出器等の混練器に投入する。2軸押出器内部および2本のローラーは、130℃～300℃程度に加熱されており、混練器内に投入*



さらに、この液状の分解生成物に所定量エポキシ樹脂を混合させると分解生成物が硬化剤として働き、ウレタン変性エポキシ樹脂が合成される。

【0019】被分解物である、本発明に係るウレタン樹脂は、ウレタン結合、尿素結合などを持つかなるウレタン樹脂でも良く、例えば、軟質ウレタン、硬質ウレタン、半硬質ウレタン、ウレタンエラストマーなどの種類がある。また、処理装置に投入しやすい形状に粉碎することが望ましい。

【0020】本発明に係るアミン化合物は、被分解物であるウレタン樹脂の分解処理剤として使用されるものであり、分解処理剤としては、通常アミン化合物単独で使用する。使用するアミン化合物としては、直鎖状脂肪族アミン、環状脂肪族アミン、芳香族アミン、および複素環式アミン等を挙げることができる。より具体的には、直鎖状脂肪族アミンとしてはエチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、プロパンジアミン、2-エチルヘキシルアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、イソプロパノールアミン、2-(2-アミノエチルアミノ)エタノール、2-アミノ-2-ヒドロキシメチル-1,3-プロパンジオール、エチルアミノエタノール、アミノブタノール、n-プロピルアミン、ジ-n-プロピルアミン、n-アミルアミン、イソブチルアミン、あるいはメチルジエチルアミン等が挙げられる。環状脂肪族アミンとしてはシクロヘキシルアミン、ピペラジン、ピペリジン等。芳香族アミンとしてはアニリン、トルイジン、ベンジルアミン、フェニレンジアミン、キシリレンジアミンあるいはクロロアニリンなどを挙げることができる。複素環式アミンとしてはピリジン、ピコリン、N-メチルモルフォリン、エチルモルフォリン、ピラゾール等が挙げられる。これらのアミン類は単独又は2種以上を混合して使用することができる。

4

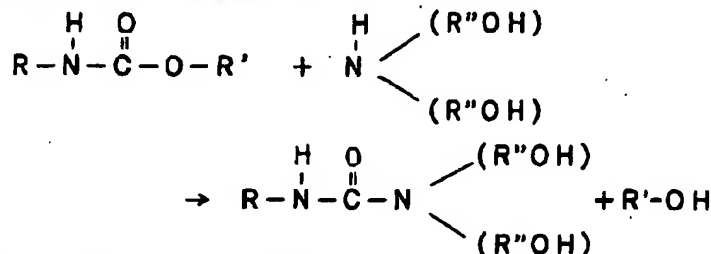
*された混合物は2軸押出器内で混練されることで、微量のアミン化合物と均一に接触しながら、液状になる程度にまで分解される。

【0018】例えば、ウレタン樹脂RNHCOOR'

(Rはイソシアネート基、R'はポリオール基を指す)

と、アミン化合物NH(R''OH)₂(R''はアルキル基を指す)を反応させた場合、下記(1)に示すような反応が生じる。

【化1】



【0021】本発明において、被分解物であるウレタン樹脂16～100重量部に対して、分解処理剤であるアミン化合物を1重量部使用としたのは、アミン処理剤の分解処理剤の比率がこれよりも少ないとウレタン樹脂が十分に分解されず、固体成分が残存したり、分解生成物の粘度が高くなり、その結果、分解生成物とエポキシ樹脂またはイソシアネートとを混合し樹脂組成物を合成しても、樹脂組成物の均質性が悪くなる恐れがある。また、分解処理剤の比率が前述の範囲よりも多いと、分解生成物とエポキシ樹脂と混合しても、硬化しない恐れがある。

【0022】分解処理剤の比率が多い時に、得られた分解生成物とエポキシ樹脂とが硬化しない理由は、アミン化合物がウレタン樹脂を十分に分解しすぎ分子量が低下しすぎ、エポキシ樹脂と反応生成物とが合成されてもその分子量を十分に高まらず、その結果硬化しないものと考えられる。

【0023】また、分解処理剤の比率が前述の範囲よりも多いと、この分解生成物とイソシアネートとを反応させてウレタン樹脂を再生した場合、分解生成物中には未反応のアミン化合物が残存し、合成原料中のアミン化合物が過剰になり、効果反応速度が速まりすぎる。その結果、原料成分を均一にすることができなくなる恐れがある。

【0024】他の理由として、アミン化合物がウレタン樹脂を十分に分解しすぎ分子量が低下しすぎ、エポキシ樹脂と反応生成物とが合成されてもその分子量を十分に高まらず、その結果硬化しないものと考えられる。

【0025】次に、本発明においては、ウレタン樹脂とアミン化合物の反応を混練と共に行うことが好ましく、その理由を以下に説明する。

【0026】固体状の被分解物であるウレタン樹脂に対して、分解処理剤となるアミン化合物の比率が少なく、特

5

にウレタン樹脂として発泡ウレタンを使用する場合などは、被分解物に対する分解処理剤の体積比は極めて小さなものとなる。したがって、アミン化合物を均一かつ速やかにウレタン樹脂と接触させ反応させるためには、ウレタン樹脂とアミン化合物の混合物を混練しつつ加熱反応させることが望ましい。特に、このように反応を速やかに行うことで、分解生成物の変性物などによる組成のばらつきが抑制され、その結果、エポキシ樹脂とともに用いた時に硬化しやすい特性が得られるものと考えられる。

【0027】混練器としては、ウレタン樹脂とアミン化合物とからなる混合物を押圧し、両者を混合しながら練る、すなわち混練できるものであり、さらに混練しながら混合物を加熱できるものであればよい。

【0028】例えば前述した2軸押出器に限られず、1軸押出器、連続式ニーダーやモノポンプなど、加熱と共に混練を行えるものであれば特に制限されずに使用できる。特にこれらの混練器は、分解反応を連続的に処理できるため、大量のウレタン樹脂の分解に適している。

【0029】ここで具体的な混練器の一例として、押出器の概略図を示すとともに、本発明のウレタン樹脂の分解方法を具体的に説明する。

【0030】ウレタン樹脂は投入口1から投入され、粉碎された状態で原料投入口3に投入され、反応容器2に搬送される。反応容器2は円筒形状であり、反応容器2内にはスクリュウ11（ここでは1軸）が配置されており、スクリュウを回転させることでウレタン樹脂を混練しながら吐出ノズル10方向へ搬送する。

【0031】また、原料投入口3に隣接して、反応容器2には分解剤注入口6が設けられている。分解剤タンク4に収納されたアミン化合物は液体注入ポンプ5により分解剤注入口6から注入され、原料投入口3から投入されたウレタン樹脂と混合されながら混練される。

【0032】また、反応容器2の後端部（噴出しノズル）近傍にはベント口7が設けられており、スクリュウ11によって搬送されてきたウレタン樹脂（分解生成物）中に含まれた発泡剤はベント口7に接続された真空ポンプ9によって吸引され、コンデンサ8によって凝集される。

【0033】そして、発泡剤が回収されたウレタン樹脂（分解生成物）は吐出ノズル10から押し出される。

【0034】図1の説明では、ウレタン樹脂とアミン化合物は、別々にして混練器に投入したが、それぞれ個別に混練器に投入するよりも、予めアミン化合物をウレタン樹脂に分散・含浸させ、原料投入口から投入することが好ましい。前述したようにウレタン樹脂に対するアミン化合物の体積比は極めて小さいため、このような前処理を行うことでウレタン樹脂の嵩密度が小さくなり分解反応をより速やかに行うことが可能になる。さらに、ウレタン樹脂は比較的静電気が発生しやすい材料であるた

6

め、混練器の投入など取扱いの面で困難な面があるが、予め分解剤を分散・含浸させ、ウレタン樹脂を膨潤させておくことで静電気を生じ難くさせ取扱いが容易になる。

【0035】膨潤方法は、例えば攪拌機能を持つ容器に、ウレタン樹脂とアミン化合物を所定の比率で投入し、両者を室温～130℃の温度範囲で攪拌混合することが望ましい。処理温度が高すぎると分解反応が生じてしまい、均質な分解生成物が得られなくなる可能性がある。

【0036】混練器による加熱は、分解するウレタン樹脂や分解処理剤であるアミン化合物の種類によって多少異なるが、通常130℃～300℃、より好ましくは170℃～250℃で行えばよい。さらに、加熱時間は1分～20分程度、より好ましくは3分～10分程度で行えばよい。加熱温度が300℃よりも高かったり、加熱時間が20分より長いと、さらにウレタン樹脂を形成しているC-C結合までも分解して過剰反応となる恐れがあり、加熱温度が130℃より低かったり、加熱時間が20分より短くなると、ウレタン樹脂を十分に分解できなくなる恐れがある。

【0037】また、ウレタン樹脂として発泡ウレタン樹脂を分解する際に、本発明のウレタン樹脂の分解方法は適している。

【0038】発泡ウレタン中にはフロンなどの発泡剤が混入しており、環境面などからフロンなどは分離・回収する必要がある。通常、発泡樹脂中の発泡剤は、発泡樹脂を破砕するなどして気泡中に含まれる発泡剤を分離・回収するが、この方法では発泡剤が散乱しやすいために回収が困難であり、細かく破砕したとしてもセル中の発泡剤は回収されるが、セル膜を形成しているウレタン樹脂中に分散している発泡剤を分離回収するのは困難である。本発明のように、ウレタン樹脂を分解してしまえば、発泡剤は分解反応中に分解生成物（液体）中から気体として分離するため、分離性、回収性共に向上させることができる。

【0039】また、分解剤であるアミン化合物の量が多いと、フロンなどの発泡剤のアミン化合物に溶解されてしまい、発泡剤の分離回収性が低下する恐れがあるが、本発明においては使用するアミン化合物の比率が少ないために、効率よく発泡剤の分離・回収を行うことが可能になる。

【0040】このようにしてウレタン樹脂を分解して得られた分解生成物は、均質な液体状態に分解されるため、蒸留や抽出などの工程を経ずに、そのまま再生品に再資源化することができる。

【0041】特に、この分解生成物にエポキシ樹脂を混合させると硬化し、エポキシ樹脂を得ることができ、弾性に富み、高耐久性の樹脂組成物を得ることができ、このとき、分解生成物とエポキシ樹脂の比率は、例

7

えば分解生成物100重量部に対し、エポキシ樹脂を10~100重量部とすればよい。また、この分解生成物をそのままウレタン樹脂として再生したり、他のモノマーなどと共重合させて、ポリエステル、ポリアミド、ナイロンなど種々の樹脂組成物を作成することも可能である。再生に際し、必要に応じ分解生成物の希釈剤を添加し粘度調整剤を行うこともできる。希釈剤としてはイソシアネート反応性水素原子を有するアルコール類、ポリオール類、あるいはエステル類や水を用いても良い。前記アルコール類としてはメタノール、エタノールやプロパノールなどの1価のアルコール、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサンジオール、ポリオキシエチレングリコールやポリオキシプロピレングリコール、ポリプロピレン(エチレン)ポリオール、ポリテトラメチレンエーテルグリコールなどの2価のアルコール、グリセリンなどの3価のアルコールなど、またはこれらにエチレンオキシド、プロピレンオキシド、テトラヒドロフランなどを添加したものが挙げられる。またエステル類としては、アジピン酸系ポリエステル、フタル酸系ポリエステル、ポリカプロラクトンポリエステル、アクリル酸エステルなどを挙げることができる。さらに、これらのエステル類にエチレングリコール、1,4-ブタンジオールなどのアルコール類が重合したものでもよい。これらの希釈剤は、被分解物であるウレタン樹脂の作成時に使用したポリオール成分と同じ化合物やその低分子化合物の使用が特に望ましい。

【0042】

【実施例】以下、実施例により本発明を詳細に説明する。

【0043】本実施例においては、以下に示すウレタン樹脂Aあるいはウレタン樹脂Bを粉碎した状態で被分解物として使用した。

【0044】ウレタン樹脂A

ポリエチレングリコール(日本油脂社製:ポリエチレングリコール400)100gにポリメチレンポリフェニルポリイソシアネート(MDI)68gを添加し、高速撹拌したのち、型に注入し室温で硬化させウレタン樹脂Aを準備した。

【0045】ウレタン樹脂B

使用済みの冷蔵庫に断熱材として使用されたウレタン樹脂をウレタン樹脂Bとして準備した。

【0046】<発泡ウレタンの分解>

実施例1

本実施例においては、2軸押出器(東芝機械社製:TEM-37BS)中で、ウレタン樹脂とアミン化合物とを混練・加熱して、ウレタン樹脂の分解を行った。

【0047】まず、押出器のシリンダー温度を190℃に設定した。

8

【0048】押出器の原料投入口からウレタン樹脂Aを5.65kg/hで投入し、同時に押出器の薬液投入口へアミン化合物としてのジエタノールアミン0.35kg/hをポンプで供給した。

【0049】混練時間を変えて、分解生成物の状態を調べたところ、混練時間を4分45秒以上にしたときに分解生成物は固形分の残存しない黄色透明の粘調な液体となっており、完全に分解することが確認できた。

【0050】なお、混練器から分解生成物を取り出す際に、真空ポンプで発泡剤を除去した。

【0051】実施例2

混練器へ投入するウレタン樹脂Aを5.6kg/h、アミン化合物の供給量を0.28kg/hとしたことを除き、実施例1と同様にしてウレタン樹脂の分解を行ったところ、混練時間を5分55秒以上とした時に分解生成物は黄色透明の粘調な液体に完全に分解することが確認できた。

【0052】実施例3

前処理として、ウレタン樹脂A6kgとアミン化合物としてのジエタノールアミン0.1kgを撹拌機能のついた混合器に投入し、容器内を100℃に保持した状態で1時間撹拌し、ウレタン樹脂に分解剤を分散・含浸させた。

【0053】この前処理を行ったウレタン樹脂を2軸押出器を用いて分解処理を行った。

【0054】本実施例では、押出器のシリンダー温度を210℃に設定し、前処理を行ったウレタン樹脂6kg/hを押出器に投入した。

【0055】実施例1と同じ混練器を用い、混練時間を6分に設定したところ、黄色透明の粘調な液体で多少固形成分が残存する分解生成物を得た。

【0056】この分解生成物をポンプで原料投入側口に接続しているポンプで7.5kg/hで戻し、膨潤していないウレタン樹脂Aを新たに2.5kg/h投入し、6分間混練を行ったところ固体成分のない黄色透明で粘調な液体を分解生成物として得た。なお、この実施例のアミン化合物とウレタン樹脂の最終的な重量比は約1:80である。

【0057】実施例4

前処理として、ウレタン樹脂A2kgとアミン化合物としてのジエタノールアミン0.1kgを撹拌機能のついた混合器に投入し、容器内を100℃に保持した状態で1時間撹拌し、ウレタン樹脂に分解剤を含浸させた。

【0058】この前処理を行ったウレタン樹脂を2軸押出器を用いて分解処理を行った。

【0059】本実施例では、押出器のシリンダー温度を190℃に設定し、前処理を施したウレタン樹脂18kg/hを押出器に投入した。

【0060】混練時間を3分30秒以上に設定した時に、分解生成物は完全に分解されていることを確認し

9

た。

【0061】実施例5

被分解物としてのウレタン樹脂Bを6kg/hで混練器に投入し、アミン化合物の投入量を0.075kg/hとし、シリンダー温度を210℃に設定したことを除き、実施例1と同様にしてウレタン樹脂の分解を行った。

【0062】その結果、混練時間を4分45秒以上に設定した時に、ウレタン樹脂を完全な液体状に分解できることを確認した。

【0063】実施例6

被分解物としてのウレタン樹脂B2kgをヘンシェルミキサーに投入し、高速撹拌しながらアミン化合物としてのジエタノールアミン0.1kgを徐々に滴下した。室温で10分間撹拌してウレタン樹脂に分解剤を分散・含浸させると見かけの体積が7割以下に減少した。

【0064】この前処理を行ったウレタン樹脂を実施例4と同様にしてウレタン樹脂の分解を行った。

【0065】その結果、混練時間を5分30秒以上に設定した時に、ウレタン樹脂を完全な液体状態に分解できることを確認した。

【0066】実施例7

アミン化合物中の投入量を0.3kg/hとしたことを除いて実施例5と同様にしてウレタン樹脂の分解を行った。

【0067】その結果、混練時間を6分30秒以上に設定した時にウレタン樹脂を完全な液体状に分解できることを確認した。

【0068】実施例8

10

*本実施例においては、混練を行わずにウレタン樹脂の分解を行った。

【0069】加熱機能と撹拌機能のついた密閉容器を190℃に温調し、ウレタン樹脂Bを6kg投入し、さらにジエタノールアミンを0.6kg投入して、過熱撹拌した。所定の時間が経過してから密閉容器に接続している真空ポンプで発泡剤を除去し、凝縮しコンデンサーから回収した。原料を投入してから60分後以降においては固形物のない液状になっており、完全に分解されることが確認できた。

【0070】比較例1

アミン化合物の量を6kg/hとしたことを除いて、実施例1と全く同様にしてウレタン樹脂の分解を行ったところ、混練時間を5分以上に設定した時に固体成分のない完全な液体に分解できることを確認した。

【0071】得られた分解生成物は、黄色透明上層液と赤紫透明下層液とからなる2相に分離した液体であった。

【0072】参考例

加熱機能と撹拌機能のついた密閉容器を190℃に温調し、ウレタン樹脂Bを3kg投入し、さらにジエタノールアミンを0.6kg投入して、加熱撹拌した。

【0073】60分間加熱撹拌した後に、発泡剤を除去し、分解生成物を得た。分解生成物は橙色のほぼそした固体で完全に分解されていないかった。

【0074】ここで、実施例1乃至7、比較例1のウレタン樹脂を完全に液化するための条件と、参考例の液化できなかった時の条件を表1に纏めた。

* 【表1】

	ウレタン樹脂	重量比 アミン化合物：ウレタン樹脂	分解温度	反応時間	処理量	処理装置	前処理
実施例1	A	1：16	190℃	4分45秒	6kg/h	押出器	無
実施例2	A	1：20	190℃	5分55秒	6kg/h	押出器	無
実施例3	A	1：80	210℃	12分	10kg/h	押出器	有
実施例4	A	1：20	190℃	3分30秒	10kg/h	押出器	有
実施例5	B	1：20	190℃	6分	6kg/h	押出器	有
実施例6	B	1：20	190℃	5分30秒	10kg/h	押出器	有
実施例7	B	1：20	200℃	6分30秒	6kg/h	連続式	無
実施例8	B	1：10	190℃	60分	6kg/h	バッチ式	無
比較例1	A	6：5	190℃	5分	6kg/h	押出器	無
参考例	B	1：5	190℃	60分	3kg/h	バッチ式	無

<分解生成物の再生>

実施例9

まず、実施例2で得られた分解生成物100gとポリオール50gとを撹拌・混合した。さらにMDI80gを

添加して撹拌し混合液を作成した。

【0075】得られた混合液を型に入れ室温で1日放置したところ、発泡硬化し樹脂組成物が得られた。この樹脂組成物の密度は180kg/m³、発泡倍率約5倍の

11

発泡ウレタンが生成した。

【0076】実施例10

実施例2で生成した分解生成物40gを60℃に温調し、エポキシ樹脂（旭化成社製：エポコート4100E）を10g入れて攪拌する。型に入れ真空脱泡してから、120℃のオープンに入れて1晩硬化させると、ゴム状の樹脂成型物が生成した。

【0077】実施例11

実施例8で生成した分解生成物40gを60℃に温調し、エポキシ樹脂（旭化成社製：エポコート4100E）を10g入れて攪拌する。型に入れ真空脱泡してから、120℃のオープンに入れて1晩硬化させると、ゴム状の樹脂成型物が生成した。

【0078】比較例2

比較例1で生成した分解生成物40gを60℃に温調し、エポキシ樹脂（旭化成社製：4100E）を20g入れて攪拌する。型に入れ真空脱泡してから、120℃のオープンに入れて1晩おいても硬化せず、液体のままだった。150℃に温度をあげても、硬化しなかった。*

12

*【0079】

【発明の効果】本発明によれば、ウレタン樹脂を簡単な作業で他の樹脂組成物に再生することの可能な分解生成物に分解すること、あるいはこの分解生成物を用いて樹脂組成物を製造することが可能になる。

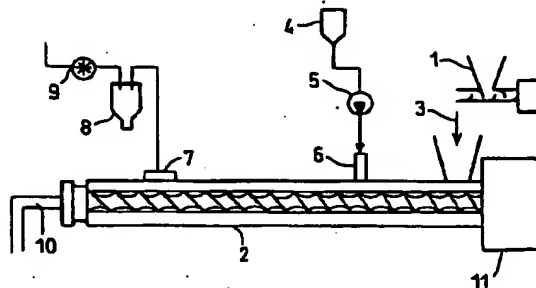
【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係る押出器の概略図。

【符号の説明】

- 1…投入口
- 2…反応容器
- 3…原料投入口
- 4…分解剤用タンク
- 5…液体注入ポンプ
- 6…分解剤注入口
- 7…ベント口
- 8…コンデンサ
- 9…真空ポンプ
- 10…吐出ノズル
- 11…スクリュウ

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 古屋 富明
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株
式会社東芝横浜事業所内

Fターム(参考) 4F301 AA29 CA09 CA23 CA24 CA41
CA68 CA72
4J034 BA05 BA08 CA02 CA03 CB01
CB03 CB08 CD01 DA01 DB01
DB04 DB08 DE04 HA07 HA11
HA13 HA14 HC12 HC22 HC52
HC64 HC71 JA06 QC01 QD03
4J036 AA01 DB02 DC48